

PAT-NO: JP402137694A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 02137694 A

TITLE: PRODUCTION OF TUNGSTEN ALLOYED ROD

PUBN-DATE: May 25, 1990

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
LITTY, RICHARD JR	N/A

INT-CL (IPC): B23K035/40, B23K009/24 , C22C001/04 , C22C027/04

ABSTRACT:

PURPOSE: To produce a tungsten-alloyed rod through low temp. sintering by holding lanthanum oxide at a specified temp. for a specified time, adjusting average particle size to a specified dimension, adding this to a pulverulent tungsten in a specified quantity, compacting this with a multiphase pressure build up and heating/sintering this.

CONSTITUTION: Lanthanum oxide is held at 25-30°C for at least 20 hr to adjust the average particle size as 0.5-2.0  $\mu$ m and it is added to pulverulent tungsten in 1.8-2.2 wt.% ratio. The mixture is compacted and is maintained at about 900-1100 bar for about 1 min, then, at about 1700-1900 bar for about 1 min and finally, at about 2200 bar for about 1-2 min. Heating/sintering are maintained at about 900-1100°C for about 2-4 min, then, at about 1700-1900°C for about 2-4 min and finally, at about 2700°C for about 14-16 min. The tungsten alloyed rod good in arc stability and capable of low voltage ignition is produced and is used for an electrode rod of TIG welding or the like.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO

## ⑫ 公開特許公報 (A) 平2-137694

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>B 23 K 35/40  
9/24  
C 22 C 1/04  
27/04

識別記号

101

庁内整理番号

G 7362-4E  
7356-4E  
D 7619-4K  
8825-4K

⑭ 公開 平成2年(1990)5月25日

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全8頁)

⑮ 発明の名称 タングステン合金ロッドの製造方法

⑯ 特願 平1-250411

⑰ 出願 平1(1989)9月26日

優先権主張 ⑯ 1988年10月17日 ⑯ 西ドイツ(DE) ⑯ P 38 35 328.8

⑮ 発明者 リヒヤルト リティー ドイツ連邦共和国、8221 ゾンダーモーニング、シュローデベルクシュトラーセ 8  
ユニティー⑮ 出願人 ゲゼルシャフト フュ ドイツ連邦共和国、8220 トランシュタイン、ペアマネ  
ア ヴォルフラム  
インダストリー エム  
ペーハー

⑮ 代理人 弁理士 樋口 豊治 外1名

## 明細書

## 1. 発明の名称

タングステン合金ロッドの製造方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 酸化ランタンが添加された粒状タングステンを圧縮、焼結、機械加工、及び再結晶の各処理を行うことによるタングステン合金ロッド、特にTIG溶接、タングステンプラズマ溶接、タングステンプラズマ溶断等に使用されるタングステン電極用ロッドの製造方法において、

(a) 酸化ランタンを25～30℃に少なくとも20時間保持することにより、その平均粒径が0.5～2.0μmとなるように調製し、(b) このように調製された酸化ランタンを全重量に対して1.8～2.2重量%の割合で前記粒状タングステンに添加し、(c) 得られた混合物を複数段階で加圧して圧縮させるとともに、複数段階で加熱して焼結させる、

ことを特徴とするタングステン合金ロッドの製造方法。

(2) 上記工程(a)が体積膨脹工程であり、酸化ランタンを25～30℃に数日間保持することによりを行うことを特徴とする請求項1に記載のタングステン合金ロッドの製造方法。

(3) 前記複数段階の加圧圧縮工程が、2回の圧力維持段階を含むことを特徴とする請求項1又は2に記載のタングステン合金ロッドの製造方法。

(4) 前記複数段階の加圧圧縮工程において、先ず1.5～2.5分間かけて900～1100バールの一次圧力維持段階まで増圧して、この圧力に約1分間維持した後、さらに1.5～2.5分間かけて1700～1900バールの二次圧力維持段階まで増圧して、この圧力に約1分間維持し、次いで1.5～2.5分間かけて約2200バールの最高圧縮圧力まで増圧することを特徴とする請求項3に記載のタングステン合金ロッドの製造方法。

(5) 前記複数段階の加圧圧縮工程において、最高圧縮圧力を1~2分間維持することを特徴とする請求項1ないし4のいずれかに記載のタングステン合金ロッドの製造方法。

(6) 前記複数段階の加熱焼結工程が2回の温度維持段階を含むことを特徴とする請求項1ないし5のいずれかに記載のタングステン合金ロッドの製造方法。

(7) 前記複数段階の加熱焼結工程において、先ず4~6分間かけて900~1100℃の一次温度維持段階まで昇温して、この温度に約2~4分間維持した後、さらに1~3分間かけて1700~1900℃の2次温度維持段階まで昇温して、この温度に2~4分間維持し、次いで3~5分間かけて約2700℃の最高焼結温度まで昇温することを特徴とする請求項6に記載のタングステン合金ロッドの製造方法。

(8) 前記複数段階の加熱焼結工程において、最高焼結温度を14~16分間維持することを

特徴とする請求項1ないし7のいずれかに記載のタングステン合金ロッドの製造方法。

### 3. 発明の詳細な説明

#### (産業上の利用分野)

本発明は、酸化ランタンが添加された粒状タンゲステンを圧縮、焼結、機械加工、及び再結晶の各処理を行うことによりなるタングステン合金ロッド、特にTIG溶接、タングステンプラズマ溶接、タングステンプラズマ溶断等に使用されるタングステン電極用ロッドの製造方法に関する。

#### (従来の技術及び発明が解決しようとする問題点)

ランタン、トリウム、イットリウム、ジルコニウム、及びセリウムの酸化物を添加したタングステンロッドは、何年も前から市場にて入手可能となっている(DIN 32 528参照)。タングステン電極に添加物としてこれらの酸化物を含ませるのは、放電特性を改善するためである。このうち最も頻繁に用いられている添加物は、酸化トリウムであり、使用に際しては含量が4重量%以下とされる。かかる酸化トリウム添加型タングステン電極がよ

く使用される理由は、点火特性に優れ、アークの安定性が高く、許容負荷電流も高く、且つ寿命が長いことにある。しかしながら、酸化トリウムを添加したタングステン合金は、一般的に加工が困難であるとともに、焼結のために要するエネルギー消費が大きいという問題がある。タングステン合金中における酸化トリウムは、タングステン結晶粒間の界面に付着し、タングステンの再結晶を阻害するものである。しかし、細いタングステンロッドを製造する場合のように加工の程度を高くするには、高度な再結晶が必要となる。

更に、酸化トリウムは放射能を有するという点でも望ましいものではない。特に、原子炉の建設現場等では、酸化トリウムの有する放射能が、追加の放射能発生源となって、不利益が大となる。

タングステン合金ロッド、特にタングステン電極に含ませる添加物として、酸化トリウムに代わり得るもので、而も環境への悪影響もなく、同時に製造上も有利なものを開発する努力もなされているが、現在までのところ評価に値するほどの成

功を納めていない。タングステン電極において酸化ランタンを添加すれば、アーク安定性を改善し、低電圧点火が可能となり、寿命が長くなることは分かっているが、その添加率は今までのところ約1%の低率しか達成できていない。

酸化ランタンの添加重量比率を大きくできない理由の一つは、酸化ランタンの比重が酸化トリウムのそれよりも小さいことにある。すなわち、酸化トリウムでは1単位の体積で添加すれば済むところを、酸化ランタンではその1.8倍の体積で添加する必要がある。また、酸化ランタンも再結晶を阻害する作用があるため、たとえ再結晶により機械加工を行い易くしようとしても、実際には相当な加工コストを伴うことになる。

更に、酸化ランタンの添加重量比率を大きくできないもう一つの理由は、酸化ランタンの添加比率を大きくすると粒状タングステン圧縮体の安定性が低下することに求められる。例えば、酸化ランタンを約1%含有する圧縮体は約10分程度で崩壊してしまうことが分かっている。また、酸化

ランタンの含量を2%とすると、圧縮体の崩壊は約2~3分程度で起こってしまう。すなわち、酸化ランタンを添加すると圧縮体内部の歪みが増加してその崩壊を誘発するものであり、この作用は酸化ランタンの添加量が多くなる程顕著となってくるのである。このような理由から、タングステンロッド、特にタングステン電極により多くの酸化ランタンを含ませる努力が従来からなされているにもかかわらず、不成功に終わっているのである。

酸化ランタンが添加された粒状タングステンを圧縮、焼結、機械加工、及び再結晶の各処理を行うことよりなるタングステン合金ロッド、特にTIG溶接、タングステンプラズマ溶接、タングステンプラズマ溶断等に使用されるタングステン電極用ロッドの製造方法自体は、例えば西独公開特許第3,701,212号公報から公知であるが、上述した問題点はこの公知の方法にも当然に当てはまる。また、この公知の方法では、酸化ランタンを添加させる手段として、硝酸ランタン水溶液

を使用するため、その調製に時間とエネルギーが消費されなければならないという問題もある。更に、この公知の方法では、ランタンの分布が合金ロッド全体に均一となるため、ランタンが有する再結晶阻害作用がロッドの外周部でも発揮されてしまい、従ってロッドの加工が更に困難となる。実際上、この公知の方法は、特に経済性の理由により殆ど評価できる程の技術的意義は認められない。

本発明は、酸化ランタンを添加したタングステン合金ロッドを製造する上記公知方法を改善するものであり、約2重量%の酸化ランタンをタングステン合金ロッド、特にタングステン電極に含ませるにあたりエネルギー消費をできるだけ低減させることをその課題とする。

〔問題点を解決するための手段〕

上記問題点を解決するために、本発明は、酸化ランタンが添加された粒状タングステンを圧縮、焼結、機械加工、及び再結晶の各処理を行うことよりなるタングステン合金ロッド、特にTIG溶接、タングステンプラズマ溶接、タングステンプラ

ラズマ溶断等に使用されるタングステン電極用ロッドの製造方法において、

(a)酸化ランタンを25~30セニ少なくとも20時間保持することにより、その平均粒径が0.5~2.0μmとなるように調製し、  
向このように調製された酸化ランタンを全重量に対して1.8~2.2重量%の割合で前記粒状タングステンに添加し、  
(b)得られた混合物を複数段階で加圧して圧縮させるとともに、複数段階で加熱して焼結させる、  
ことを特徴とするタングステン合金ロッドの製造方法を提供する。

本発明の好適な構成は、特許請求の範囲における従属請求項及び以下の記載から明らかとなる。

〔効果及び好適な構成〕

上記構成から得られる作用については、後の実施例の説明と併せて説明することとし、ここでは以上の構成から得られる効果、並びに本発明の好適な構成について述べることにする。

本発明の方法によれば、従来方法では達成でき

なかった高い酸化ランタン含有率を何等の問題も伴うことなく達成することが初めて可能になった。また、本発明の方法により製造される溶接電極（タングステン合金ロッド）は、酸化トリウムを添加したタングステン電極よりも低い電圧で点火可能であるという点で、点火特性に優れており、アーク安定性も改善され、寿命も長くなるという効果がある。更に、ランタンでは放射能は問題とならない。

タングステン-酸化ランタン合金はタングステン-酸化トリウム合金よりも焼結温度が低くて済む。従って、タングステン-酸化ランタン合金を焼結させるためのエネルギー消費を低減することができる。

更に、本発明の方法では、従来方法のように焼結までに必要な装置を個別且つ段階的に作動させる必要はなく、各ロッドを作成するまでに必要な混合、圧縮及び焼結を一連の操作として行うことができる。

本発明の方法においては、複数段階の加圧（但

し、一連に行われる)による圧縮を、複数段階の加熱(但し、一連に行われる)による焼結とは別に行っててもよいし、焼結(予備焼結を含む)と同時にあっててもよい。また、本発明の方法で得られる圧縮体は寸法安定性が高いので、高含有率の酸化ランタンを含むタングステン合金ロッド、特にタングステン電極の製造に際しての融通性が極めて高くなる。

予備段階として、酸化ランタンは体積増加処理により緩和される。この体積増加処理は、酸化ランタンを25~30℃にて少なくとも20時間保持することにより行われ、体積膨脹の結果、酸化ランタンは崩壊して平均粒径0.5~2μmまで微細化される。この微細化された酸化ランタンが、混合工程において粒状タングステンに添加される。本発明の好適な実施例では、体積増加(緩和)処理は酸化ランタンを約25~30℃で薄層状に保持することにより行われる。

本発明において、複数段階の加圧圧縮工程は、2回の圧力維持段階を含むことが好ましい。より

具体的には、先ず約1.5~2.5分間かけて900~1100バールの一次圧力維持段階まで増圧して、この圧力に約1分間維持した後、さらに約1.5~2.5分間かけて1700~1900バールの二次圧力維持段階まで増圧して、この圧力に約1分間維持し、次いで約1.5~2.5分間かけて約2200バールの最高圧縮圧力まで増圧するのである。この最高圧縮圧力は約1~2分間維持するのが有利である。

一方、複数段階の加熱焼結工程も2回の温度維持段階を含むのが有利である。より具体的には、先ず約4~6分間かけて900~1100℃の一次温度維持段階まで昇温して、この温度に約2~4分間維持した後、さらに約1~3分間かけて1700~1900℃の2次温度維持段階まで昇温して、この温度に約2~4分間維持し、次いで約3~5分間かけて約2700℃の最高焼結温度まで昇温するのである。この最高焼結温度は14~16分間維持することが望ましい。

#### 〔実施例〕

#### 1 1

以下、本発明の実施例を添付図面を参照しながら従来例との比較において説明する。

先ず、第3図~第6図に基づき、2%の酸化トリウムが添加されたタングステン合金ロッド、特にタングステン電極を製造するための従来方法について簡単に説明する。この従来方法においては、平均粒径1μmの酸化トリウムがタングステン金属粉に添加され、これに続く機械的混合操作によって酸化トリウムが均一に分散される。その後、混合物を圧縮工程にかけるのであるが、この圧縮工程は油圧式による特定方向圧縮により(その後、予備焼結が行われる)、又は等方向圧縮(isostatically)に行われる。尚、等方向圧縮では、加圧後の減圧方向性は必ずしも問題ではない。第3図はこのようにして得られた圧縮体の拡大断面図であり、同図から比較的大大で均一な大きさのタングステン結晶粒間の界面に酸化トリウムが均一に分布している様子が分かる。

第4図は焼結後の状態を示す。この状態では、タングステン結晶粒は以前よりも小さくなっている

#### 1 2

が、かかる結晶粒間の界面におけるThO<sub>2</sub>の分布状態が均一である点は同じである。

焼結工程に続き、焼結後のロッドに予備的機械加工、すなわちプレハンマリング(prehammering)を施す。プレハンマリング後のロッドの断面は第5図に示しており、同図からは、加工性に限りのあるタングステン結晶構造にThO<sub>2</sub>粒子が均一に分散されていることが分かる。引き続いて行われる再結晶の結果得られたロッドの断面は、第6図に示されており、同図からは、粗大化により加工がより容易になったタングステン結晶構造にThO<sub>2</sub>粒子が均一に分散して存在していることが分かる。

一方、本発明に係るタングステン合金ロッド、特にタングステン電極の製造方法では、混合工程に先立って、酸化ランタンを製造するための予備工程が行われる。すなわち、この予備工程では、先ず平均粒径2~2.5μmの酸化ランタンが微細メッシュの水平振動シート(horizontal oscillating sieve)を用いて純化され、この結果、不純物や粗大な酸化ランタン粒子が除去され、酸化ラ

ンタンの純度 99.99% が達成される。次いで、このように高度に純化された酸化ランタン ( $\text{La}_2\text{O}_3$  又はより高い酸化状態) が、平滑なコーティングの施された容器内に初期厚さ約 2mm の薄層状となるように入れられ、室温よりも若干高い温度、すなわち約 25 ~ 30°C にて少なくとも 20 時間保持（ねかせ）される。この操作の結果、酸化ランタンは所謂「ワーキングアウト (working out)」と呼ばれている工程を受けることになる。すなわち、一種の緩和工程であるこのワーキングアウト 工程では、酸化ランタン粒子の比容積が初期の値の約 3 ~ 4 倍程度に増加して、更に平均粒径 0.5 μm 程度の微細粒子へと崩壊するのである。

次の混合工程では、上記純化及び緩和された酸化ランタン 1.8 ~ 2.2 重量%（全重量に対して）が粒状のタングステンに添加され、混合操作により極めて均一に分散される。

本発明によれば、次の圧縮工程では、得られる圧縮体の崩壊を回避するために、複数段階にて加圧が行われる。第 1 図の破線はタングステン-酸

化トリウム合金ロッドの経時的圧縮（圧力）曲線を示し、実線は 2% の酸化ランタンを添加したタングステン合金ロッドの場合の圧縮（圧力）曲線を示している。尚、圧縮は等方向的に行われる。2% の酸化ランタンを添加したタングステン合金ロッドを製造する本発明の方法における圧縮工程では、先ず約 1000 バールの一次圧力維持段階までの増圧が行われるのであるが、その増圧速度はタングステン-酸化トリウム合金ロッドにおける増圧速度よりも比較的速いものとなっている。第 1 図では、一次圧力維持段階は丁度 1000 バールであり、この圧力に約 1 分間維持される。次いで、2 分間かけて 1800 バールの圧力まで更に増圧される。この圧力は二次圧力維持段階であり、一次圧力維持段階と同様約 1 分間維持される。最後に、更に 2 分間かけて 2200 バールの最高圧縮圧力まで増圧され、この圧力で約 1.5 分間維持される。その後の減圧は、圧力維持（停止）段階を介在させることなく行われる。第 1 図において、両圧縮曲線を比較すれば容易に分かるよう

に、酸化ランタンを添加したタングステン合金ロッドの場合の最高圧縮圧力は酸化トリウムを添加したタングステン合金ロッドの場合のそれよりも約 100 バール程度低くできる。従って、圧縮工程についてみた場合、本発明の方法は従来方法よりもエネルギー消費が少なくて済むことになる。

第 2 図において、破線は酸化トリウムの添加されたタングステン合金ロッドの焼結温度曲線を示しており、実線は酸化ランタンの添加されたタングステン合金ロッドの焼結温度曲線を示している。同図から分かるように、酸化トリウムの添加されたタングステン合金ロッドの場合には、約 2800°C の最高焼結温度までの昇温が直接的に行われるのに対して、本発明に係る酸化ランタンの添加されたタングステン合金ロッドの製造方法では、2 回の温度維持段階を経由して最高焼結温度までの昇温が行われる。第 2 図に示した実施例では、一次温度維持段階は約 1000°C にあり、5 分間かけてこの温度に到達する。この一次温度維持段階は酸化ランタンの蒸発点（一次蒸発相）の領域

にある。この一次温度維持段階に続き、1 分間かけて約 1800°C の二次温度維持段階（二次蒸発相）まで昇温され、この温度に約 3 分間維持される。その後、約 4 分間かけて約 2700°C の最高焼結温度まで昇温される。酸化ランタンを添加したタングステン合金ロッドの最高焼結温度は、酸化トリウムを添加したタングステン合金ロッドの最高焼結温度よりも約 100°C 低く、酸化ランタンの添加量を多くすればさらに焼結温度は低くなる。このように、焼結温度が低いことからも、本発明の製造方法がエネルギー的に有利であることが理解される。

本発明において、焼結に必要な加熱は圧縮ロッドに電圧を加え、圧縮ロッドが有する抵抗を利用して発熱させるものである。そして、本発明の方法の焼結工程は、先行する圧縮工程で得られる圧縮ロッドの外径がロッド長さ方向に若干不均一（従って、断面積がロッド長さ方向に不均一）であることに着目し、焼結が有利に行われるよう配慮されている。すなわち、一次温度維持段階（一

次蒸発相) は酸化ランタンの蒸発温度に維持して行うのであるが、圧縮ロッドの外径(断面積)がロッド長さ方向に一様でないため、ロッドの小径部分では抵抗が大きく酸化ランタンの電圧印加により蒸発温度に達するが、ロッドの大径部分では抵抗が小さく酸化ランタンの蒸発温度に到達しない。従って、一次温度維持段階では、ロッドの小径部分においてのみ酸化ランタンの一部がロッド外周部から蒸散する。但し、ロッド全重量の約0.06%の割合で含まれる鉄、モリブデン、ニッケル等の不純物については、その蒸発温度が酸化ランタンよりも低いため、この一次温度維持段階で全量が同時に蒸発除去されることになる。一方、二次温度維持段階は、印加電圧が高く、ロッド長さ方向の全ての部分が酸化ランタンの蒸発温度以上となるが、ロッド小径部分については、既に一次温度維持段階で酸化ランタンが部分的に蒸散しているため、酸化ランタンのロッド外周部からの蒸散はロッド大径部にて優先的に行われることになる。以上の如く、2回の温度維持段階を含めた

ことにより、たとえ圧縮ロッドの外径がロッド長さ方向に不均一であっても、ロッド全長につき酸化ランタンの均一な蒸散を行わせることができる。但し、酸化ランタンの蒸散はロッド外周部から行われるので、ロッドの断面についてみた場合、ロッド外周部で酸化ランタンが減少し、ロッド中心部では酸化ランタンが残存する。実は、このことも本発明の有利な点である。すなわち、後の再結晶工程では、ロッド外周部において再結晶阻害因子である酸化ランタンが消耗されているため、結晶粒子はロッド外周部でより大きく成長し、ロッド内部では結晶粒子は小さいものとなる。より大きな結晶粒子は比較的容易に変形させ得るため、後の機械加工がロッド外周部から力を作用させて行うことを考慮すると、このことは非常に有利なのである。

本発明の方法によれば、焼結後の機械加工(予備的加工)では約1500℃でハンマリング(ブレハンマリング)が行われることによりロッドが伸張されるとともに、タングステン粒子が微細化

## 19

される。但し、予備的加工の温度でも、タングステン粒子の部分的再結晶が起こるので、酸化ランタン(再結晶阻害因子)がより少ないロッド外周部ではタングステン粒子がより大きく、酸化ランタンのより多く存在するロッド中心部ではタングステン粒子はより小さくなる。

最後の製造工程では、保護ガス(例えば、 $\text{N}_2$ )の雰囲気中で約2000℃にロッドを加熱して再結晶処理が行われる。この再結晶処理の結果、ロッドの外周部ではタングステン結晶粒子が粗大化する一方で、ロッドの中心部では結晶粒子は微細なまま残る。酸化ランタンの分布が、先の焼結工程にてロッド外周部では少なくなっているので、酸化ランタンの再結晶阻害作用がロッド外周部で抑制されているためにかかる構造となるのである。この結果、ロッドの加工性がより高められる。

このようにして得られたロッドはより小さな最終直径まで加工することができ、その際に結晶構造(結晶粒径)及び酸化ランタン分布が均一化されることになる。

## 20

次に、第7図～第10図を参照しながら、酸化ランタン2%を添加したタングステン合金ロッドの種々な製造工程における断面構造の変遷について説明する。

第7図は酸化ランタン2%を添加したタングステンを圧縮した後の断面構造を示している。この状態においては、一群のタングステン粒子間に酸化ランタンが均一に分布していることが分かる。尚、酸化ランタンの比重は酸化トリウムの比重の約1.8分の1であるので、第3図と比較すれば容易に分かるように、圧縮体中における酸化ランタンの濃度は、同一重量比率で酸化トリウムを含むタングステン圧縮体中における酸化トリウムのそれよりも相当に高いものとなっている。

第8図は酸化ランタン2%を添加したタングステンロッドの焼結後における拡大断面構造を示している。同図から、タングステン結晶粒子Wは、ロッドの中心部よりも外周部における方がより粗大であることが分かる。更に、焼結工程における蒸発のために、 $\text{La}_2\text{O}_3$ はロッドの外周部で消耗さ

れており、ロッドの中心部の方が濃度が高くなっている。この結果、ロッドの後の変形（加工）がより容易となる。以上の状態は、酸化トリウム 2 %を含む焼結タングステンロッドの構造を示した第4図と比較すればより明確となる。

第9図はプレハンマリング（予備加工）後のロッドの拡大断面構造を示す。この状態においては、ロッド外周部にてタングステン結晶粒子が粗く、ロッド中心部にてタングステン結晶粒子が細かくなっている。このような構造が生ずるのは、プレハンマリング自体が 1550°C の温度で行われるためにロッド外周部にて  $\text{La}_2\text{O}_3$  が更に消耗されるとともに、ロッド外周部にて再結晶（部分的再結晶）が行われるからである。この結果、非常に加工の行い易いタングステン構造が得られる。

第10図は再結晶工程後のロッドの断面構造を示している。この構造では、ロッド外周部にて粗大化したタングステン結晶粒子が存在し、 $\text{La}_2\text{O}_3$  は消耗されている結果、後の加工を非常に行い易く、1.0 mm の非常に小さな直径まで加工が可能

となる。更に、後の加工時には、タングステン粒子の界面が変形し、 $\text{La}_2\text{O}_3$  の均一化が達成されるという利点もある。

#### 4. 図面の簡単な説明

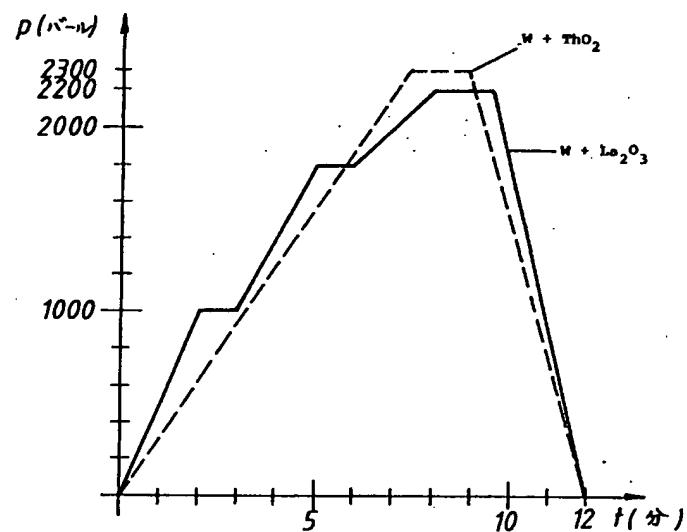
第1図は本発明に係る製造方法における圧縮工程の経時的圧力曲線を従来例との比較にて示すグラフ、第2図は本発明に係る製造方法における焼結工程の経時的温度曲線を従来例との比較にてしめすグラフ、第3図～第6図は従来の方法で製造される酸化トリウム-タングステン合金ロッドの種々な製造工程後の断面構造を示す拡大図、第7図～第10図は本発明の方法で製造される酸化ランタン-タングステン合金ロッドの種々な製造工程後の断面構造を示す拡大図である。

出願人 ゲゼルシャフト フュア ヴォルフラン-

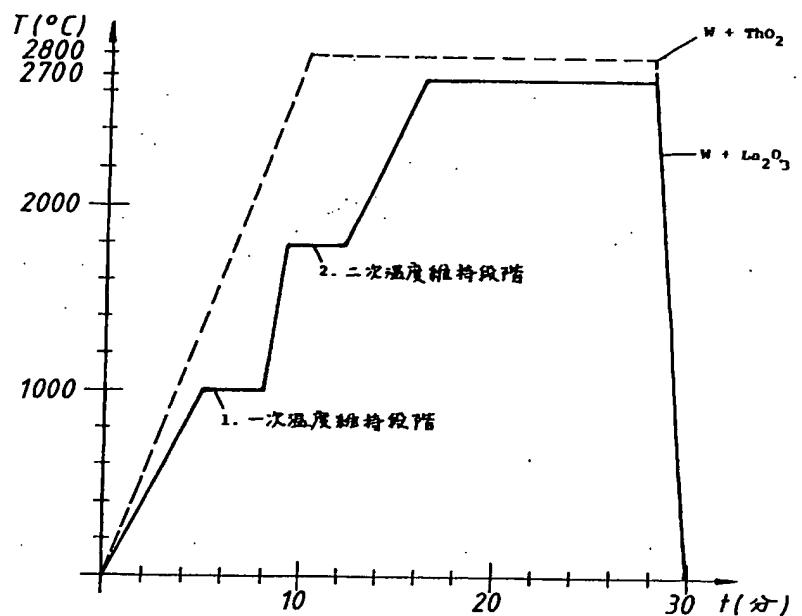
イングストリー エムベーハー

代理人 弁理士 横口豊治 外1名

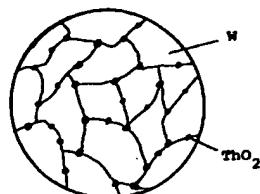
### 第1図



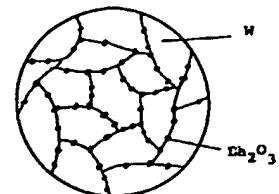
第 2 図



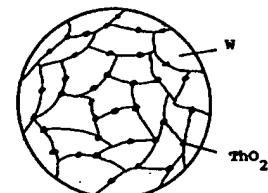
第 3 図



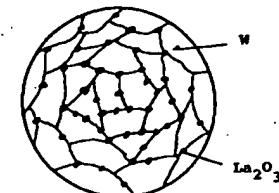
第 7 図



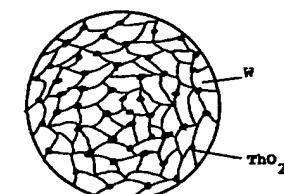
第 4 図



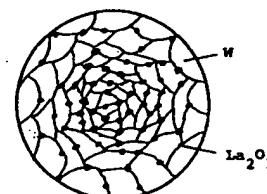
第 8 図



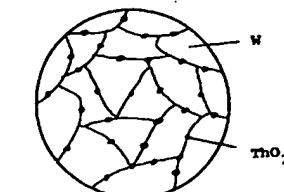
第 5 図



第 9 図



第 6 図



第 10 図

